

Method of influencing the cis/trans isomer ratio of isophoronediamine in its preparation from isophoronenitrile

Patent number: DE4343891
Publication date: 1995-06-29
Inventor: HAAS THOMAS DR [DE]; ARNTZ DIETRICH DR [DE];
MOST DIETER DR [DE]
Applicant: DEGUSSA [DE]
Classification:
- **international:** C07C211/35; C07C255/46; C07C209/48; B01J23/74;
B01J23/46
- **european:** C07C209/26; C07C209/48
Application number: DE19934343891 19931222
Priority number(s): DE19934343891 19931222

Also published as:

EP0659733 (A1)
US5583260 (A1)
JP7206787 (A)
EP0659733 (B1)

Abstract not available for DE4343891

Abstract of corresponding document: **US5583260**

A method of controlling the cis/trans isomer ratio in the preparation of isophoronediamine by the aminating hydrogenation of isophoronenitrile in the presence of ammonia, H₂ and a catalyst. The reaction takes place in two temperature steps, initially at 10 DEG to 90 DEG C. and then at above 90 DEG to 150 DEG C. with a temperature difference of at least 30 DEG C. between the two steps, the contact time being shorter in the first step than in the second. The cis/trans ratio is increased by lowering the temperature of the first step.

Data supplied from the **esp@cenet** database - Worldwide



①9 BUNDESREPUBLIK
DEUTSCHLAND



DEUTSCHES
PATENTAMT

⑫ Offenlegungsschrift

⑩ DE 43 43 891 A 1

⑤① Int. Cl.⁶:
C 07 C 211/35
C 07 C 255/46
C 07 C 209/48
// B01J 23/74,23/46

⑳ Aktenzeichen: P 43 43 891.1
㉔ Anmeldetag: 22. 12. 93
㉕ Offenlegungstag: 29. 6. 95

DE 43 43 891 A 1

㉚ Anmelder:
Degussa AG, 60311 Frankfurt, DE

㉚ Erfinder:
Haas, Thomas, Dr., 60316 Frankfurt, DE; Arntz,
Dietrich, Dr., 61440 Oberursel, DE; Most, Dieter, Dr.,
63486 Bruchköbel, DE

Prüfungsantrag gem. § 44 PatG ist gestellt

㉜ Verfahren zur Beeinflussung des cis-/trans-Isomerenverhältnisses von
3-Aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamin bei dessen Herstellung aus
3-Cyano-3,5,5-trimethylcyclohexanon

㉜ 3-Aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamin (Isophorondiamin) ist ein technisch genutzter Rohstoff für verschiedene Kunstharze. Isophorondiamin kommt als cis-/trans-Isomeregemisch zur Anwendung, wobei das cis-/trans-Isomerenverhältnis die Eigenschaften beeinflusst.
Die Erfindung zeigt einen Weg auf, das Isomerenverhältnis bei der Herstellung von Isophorondiamin durch armierende Hydrierung von 3-Cyano-3,5,5-trimethylcyclohexanon (Isophoronitril) in Gegenwart von Ammoniak, H₂ und einem Katalysator zu steuern. Die Umsetzung erfolgt in zwei Temperaturstufen, nämlich zunächst bei 10 bis 90°C und dann bei 90 bis 150°C bei einer Temperaturdifferenz zwischen beiden Stufen von mindestens 30°C, wobei die Kontaktzeit in der ersten Stufe kürzer ist als in der zweiten. Durch Absenken der Temperatur in der ersten Stufe erhöht sich das cis-/trans-Verhältnis.

DE 43 43 891 A 1

Die folgenden Angaben sind den vom Anmelder eingereichten Unterlagen entnommen

BUNDESDRUCKEREI 05. 95 508 026/92

7/33

Beschreibung

Die Erfindung richtet sich auf ein Verfahren zur Beeinflussung des cis-/trans-Isomerenverhältnisses von 3-Aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamin (Isophorondiamin; IPDA) bei dessen Herstellung aus 3-Cyano-3,5,5-trimethylcyclohexanon (Isophoronitril; IPN). Die Herstellung des Isophorondiamins basiert auf der aminierenden Hydrierung von Isophoronitril mit Ammoniak und Wasserstoff in Gegenwart eines Hydrierkatalysators.

Isophorondiamin wird als Ausgangsprodukt zur Herstellung von Isophorondiisocyanat, einer Isocyanatkomponente für Polyurethansysteme, als Aminkomponente für Polyamide und als Härter für Epoxidharze verwendet. Isophorondiamin wird üblicherweise aus Isophoronitril hergestellt, wobei in Gegenwart von Ammoniak, Wasserstoff und üblichen Hydrierkatalysatoren die Carbonylgruppe in eine Aminogruppe und die Nitrilgruppe in eine Aminomethylgruppe überführt werden. Das Ausgangsprodukt Isophoronitril läßt sich in bekannter Weise durch Anlagerung von Cyanwasserstoff an Isophoron erhalten — siehe DE-OS 39 42 371.

Isophorondiamin kann in unterschiedlichen Isomeren vorkommen, gemäß Die Angewandte Makromolekulare Chemie, 153 (1987) 1—13 (Nr. 2502) wurde für das in handelsüblichem Isophorondiamin zu etwa 75% vorliegende Isomere eine Sesselkonformation mit einer cis-Anordnung der equatorialen Aminogruppe am C¹-Atom und der equatorialen Aminomethylgruppe am C³-Atom festgestellt; bei dem zu etwa 25% anwesenden Isomeren handelt es sich um das trans-Isomere mit equatorialer Amino- und axialer Methylaminogruppe.

Das cis- und trans-Isomere von Isophorondiamin sowie das hieraus zugängliche cis- und trans-Isomere von Isophorondiisocyanat weisen unterschiedliche Reaktivitäten auf, was für die vorgesehene Anwendung von technischer Bedeutung sein kann. So lehrt die DE-OS 42 11 454, daß durch Verwendung eines Isophorondiamin-Isomerengemischs, bestehend aus über 40% des trans-Isomeren und unter 60% des cis-Isomeren als Reaktionskomponente in Polyadditionsharzen, wie insbesondere Epoxidharzen, sowohl die Topfzeit verlängert als auch die maximale Härtungstemperatur erniedrigt werden. Zur Erzielung einer möglichst hohen Reaktionsgeschwindigkeit werden umgekehrt Isophorondiamin-Isomerengemische bevorzugt, welche einen möglichst hohen Anteil an dem cis-Isomeren aufweisen.

Die Herstellung von Isophorondiamin aus Isophoronitril wird zwar in vielen Dokumenten beschrieben, jedoch wird in diesen keine Aussage über die Zusammensetzung des Isomerengemischs gemacht. Während handelsübliche Produkte ein cis-/trans-Isomerenverhältnis um 75 zu 25 aufweisen, wurden aus der DE-OS 42 11 454 auch IPDA-Isomerengemische bekannt, welche zwischen 50 und 70% des trans-Isomeren enthalten.

Bezüglich bekannter Verfahren zur Herstellung von Isophorondiamin durch aminierende Hydrierung von Isophoronitril wird beispielhaft auf die US 3,352,913 die EP-B 0 042 119, die EP-A 0 449 089, die EP-A 0 394 967 und die JP-A 4-300852 verwiesen. In keinem dieser Dokumente werden Angaben zum Isomerenverhältnis gemacht.

Gemäß dem in der US 3,352,913 beschriebenen Verfahren wird Isophoronitril mit Ammoniak in Gegenwart von an sich bekannten kobalt-, nickel-, eisen- oder edelmetallhaltigen Katalysatoren bei 50 bis 150°C und einem Druck von wenigstens 50 bar, beispielsweise 120 bis 150 bar, aminierend hydriert. Die Hydrierung kann in An- oder Abwesenheit von organischen Lösungsmitteln erfolgen; Methanol wird bevorzugt. Der Hydrierkatalysator kann in Form von Suspensions- oder Festbettkatalysatoren eingesetzt werden.

Eine zweistufige Umsetzung, wobei in der ersten Stufe Isophoronitril in 3-Cyano-3,5,5-trimethyl-iminocyclohexan überführt und dieses in der zweiten Stufe zu IPDA hydriert wird, lehrt die DE-OS 30 11 656. Auch die EP-B 0 042 119 betrifft ein zweistufiges Verfahren zur Herstellung von IPDA aus IPN, wobei ein spezieller Iminbildungsreaktor eingesetzt wird.

Zweistufig verläuft auch das in der EP-A 0 394 967 beschriebene Verfahren zur Aminierung von Carbonylnitrilen und Iminonitrilen, das auch die Herstellung von IPDA aus IPN umfaßt. Das Ausgangsprodukt wird unter Bedingungen der reduktiven Aminierung, also in Gegenwart von Wasserstoff, Ammoniak und einem Hydrierkatalysator sowie üblicherweise in Anwesenheit eines organischen Lösungsmittels bei mäßigen Temperaturen zunächst in das Aminonitril überführt; anschließend wird die Nitrilgruppe in Gegenwart eines gegenüber Nitrilgruppen hydrierwirksamen Hydrierkatalysators bei höherer Temperatur in eine Aminomethylgruppe überführt. Das Verfahren kann sowohl in Reaktoren unter Verwendung von Suspensionskatalysatoren als auch in Reaktoren unter Verwendung von Festbettkatalysatoren durchgeführt werden. Wie aus den zahlreichen Beispielen in diesem Dokument hervorgeht, wurde es als notwendig erachtet, ein strenges Temperaturprofil zu fahren, wobei die Temperatur von der ersten Stufe in 20°C-Intervallen schrittweise auf die Temperatur in der zweiten Stufe erhöht wurde. Das zeitaufwendige Temperaturprogramm führt zu einer Erniedrigung der Raum-Zeit-Ausbeute und damit einer Minderung der Wirtschaftlichkeit des Verfahrens. Um eine ausreichende Produktqualität zu erzielen, wurden zusätzlich spezielle Promotoren eingesetzt.

Im Hinblick auf die vom cis-/trans-Isomerenverhältnis abhängigen Eigenschaften von Isophorondiamin besteht die Aufgabe der vorliegenden Erfindung darin, ein Verfahren zur Beeinflussung des cis-/trans-Isomerenverhältnisses von 3-Aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamin bei dessen Herstellung aus 3-Cyano-3,5,5-trimethylcyclohexanon aufzuzeigen. Die erfindungsgemäßen Maßnahmen zur Beeinflussung des Isomerenverhältnisses sollten sich in einfacher Weise in an sich bekannte Verfahren zur Herstellung von Isophorondiamin aus Isophoronitril in Gegenwart von Ammoniak und Suspensions- oder Festbettkatalysatoren für die aminierende Hydrierung in An- oder Abwesenheit eines organischen Lösungsmittels integrieren lassen.

Gefunden wurde ein Verfahren zur Beeinflussung des cis-/trans-Isomerenverhältnisses von 3-Aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamin (Isophorondiamin; IPDA), bei dessen Herstellung aus 3-Cyano-3,5,5-trimethylcyclohexanon (Isophoronitril; IPN) durch aminierende Hydrierung, wobei Isophoronitril in Gegenwart von Ammoniak und einem Suspensions- oder Festbett-Hydrierkatalysator aus der Reihe der Kobalt-, Nickel und

Edelmetallkatalysatoren mit Wasserstoff bei einem Druck von 3 bis 20 MPa und einer Temperatur bis zu 150°C umgesetzt und das erhaltene Reaktionsgemisch destillativ aufgearbeitet wird, das dadurch gekennzeichnet ist, daß man die Hydrierung in einer ersten Stufe bei 10°C bis 90°C und in einer sich daran anschließenden zweiten Stufe bei über 90°C bis 150°C, wobei der Temperaturunterschied zwischen der ersten und zweiten Stufe mindestens 30°C beträgt, durchführt, wobei die Reaktionszeit bei Verwendung eines Suspensionskatalysators 5 bis 30 Minuten in der ersten Stufe und 30 bis 200 Minuten in der zweiten Stufe beträgt und der LHSV-Wert bei Verwendung eines Festbettkatalysators 2 bis 12 h⁻¹ in der ersten Stufe und 0,3 bis 2 h⁻¹ in der zweiten Stufe. Bevorzugt wird ein LHSV-Wert in der ersten Stufe von größer 2 h⁻¹ und in der zweiten Stufe von größer 0,8 h⁻¹.

Während durch Verwendung von beispielsweise einem Kobalt-Festbettkatalysator und Durchführung der aminierenden Hydrierung in einem Rieselbettreaktor unter Verwendung eines Ausgangsgemischs aus Isophoronitril, Ammoniak und Methanol bei einem Druck von 60 bar und einer Temperatur von 120°C ein cis-/trans-Isomerenverhältnis von 60 zu 40 erzielt wird, läßt sich das Isomerenverhältnis auf 80 zu 20 erhöhen, wenn die Umsetzung erfindungsgemäß bei etwa 40°C in der ersten Stufe und 120°C in der zweiten Stufe durchgeführt wird. Entgegen der in der EP-A 0 394 967 gegebenen Lehre ist es nicht erforderlich, die Temperatur schrittweise unter Einhaltung bestimmter Temperatursprünge und Verweilzeiten von der Temperatur der ersten Stufe auf die Temperatur der zweiten Stufe zu erhöhen. Durch die Auswahl der Temperatur der ersten und der zweiten Stufe läßt sich somit das cis-/trans-Isomerenverhältnis in einfacher Weise beeinflussen. Eine weitere Steigerung des cis-/trans-Isomerenverhältnisses gegenüber dem zuvor erwähnten ist dadurch möglich, daß die Temperatur der ersten Stufe weiter abgesenkt wird, beispielsweise auf Raumtemperatur. Durch die erfindungsgemäße Maßnahme ist es ferner möglich, kundenseitigen Wünschen nach einem ganz bestimmten Isomerenverhältnis zu entsprechen.

Die erfindungsgemäße Maßnahme zur Beeinflussung des cis/trans-Isomerenverhältnisses von Isophorondiamin läßt sich in die bekannten Verfahren zur Herstellung von Isophorondiamin integrieren, sofern diese Verfahren nicht von einem speziellen Iminbildungskatalysator Gebrauch machen. Somit lassen sich die erfindungsgemäßen Maßnahmen in Verfahren anwenden, wie sie in den einleitend gewürdigten Dokumenten offenbart wurden oder diesen Verfahren ähnlich sind.

Bekanntlich kann die aminierende Hydrierung in Anwesenheit oder Abwesenheit von Lösungsmitteln erfolgen. Vorzugsweise wird die Umsetzung in Anwesenheit von Lösungsmitteln durchgeführt, weil auf diese Weise der Druck meistens reduziert werden kann. Bevorzugte organische Lösungsmittel sind C₁- bis C₄-Alkohole, cyclische Ether, wie Tetrahydrofuran und Dioxan sowie Glykolmono- oder Glykoldimethyl- oder -ethylether; besonders bewährt hat sich Methanol als Lösungsmittel. Sofern ein Gemisch aus Isophoron, Ammoniak und organisches Lösungsmittel, vorzugsweise Methanol, aminierend hydriert wird, wird ein Druck im Bereich von 3 bis 8 MPa, vorzugsweise 5 bis 8 MPa, eingestellt. Die Temperatur der ersten Stufe wird in derartigen Fällen meist zwischen 20 und 80°C und in der zweiten Stufe zwischen 100 und 140°C liegen; die Temperaturdifferenz zwischen der ersten und der zweiten Stufe beträgt vorzugsweise mindestens 40°C.

Bei der Suspensionshydrierung lassen sich solche Katalysatoren einsetzen, wie sie für die hydrierende Aminierung allgemein bekannt sind; insbesondere handelt es sich um Suspensionskatalysatoren mit Kobalt, Nickel oder Ruthenium als wirksames Element, wie Raney-Nickel, Raney-Kobalt und Ruthenium-Trägerkatalysatoren, etwa Ruthenium auf γ -Aluminiumoxid. Die Wirkung der Raney-Katalysatoren kann durch die Mitverwendung von Cokatalysatoren aus der Reihe von Salzen von Kobalt und Nickel gesteigert werden.

Sofern die aminierende Hydrierung unter Verwendung von Festbettkatalysatoren durchgeführt wird, kann der Reaktor sowohl als Rieselbettreaktor als auch als Blasenreaktor betrieben werden. Bei der Blasenfahrweise wird das flüssige Reaktionsgemisch von unten nach oben gefördert, so daß der Reaktor stets geflutet ist; bei der Rieselbettfahrweise läßt man das flüssige Gemisch in Gegenwart von Wasserstoff über das Katalysatorbett rieseln.

Eine Rieselbettfahrweise wird bevorzugt, wobei hier insbesondere Kobalt- oder Ruthenium-Festbettkatalysatoren zum Einsatz kommen. Die erfindungsgemäß erforderlichen beiden Temperaturstufen lassen sich in einem einzigen Rieselbettreaktor mit zwei darin angeordneten Katalysatorschichten und getrennten Vorrichtungen zur Einstellung und Aufrechterhaltung der in der ersten und in der zweiten Schicht gewünschten Temperatur durchführen. Alternativ können anstelle eines einzigen Reaktors mit zwei Schichten zwei Reaktoren mit jeweils einer Schicht hintereinander geschaltet werden. Zweckmäßigerweise enthält der Rieselbettreaktor auch eine Vorrichtung zur Verteilung des auf die oberste Schicht des Reaktors aufgegebenen flüssigen Gemischs. Wasserstoff kann dem Rieselbettreaktor sowohl in einem Überschuß zugeführt werden oder entsprechend dem Bedarf zur Aufrechterhaltung des Drucks. Die Verwendung eines Wasserstoffüberschusses wird weniger bevorzugt, weil hierdurch bezüglich Ausbeute und Selektivität keine Vorteile erzielt werden und damit der apparative Aufwand vereinfacht wird, indem keine Vorrichtung zur Abtrennung des Wasserstoffüberschusses, zur Kondensation des darin enthaltenden Ammoniaks und Lösungsmittels und zur Kompression zwecks Rückführung des Wasserstoffüberschusses erforderlich sind.

Bei der Ausführung des erfindungsgemäßen Verfahrens unter Verwendung eines Rieselbettreaktors mit zwei Schichten oder unter Verwendung von zwei hintereinander geschalteten Rieselbettreaktoren, ist es zweckmäßig, auf das erste Katalysatorbett ein 10 bis 40 Gew.-% Isophoronitril, 10 bis 40 Gew.-% Ammoniak und Methanol als Lösungsmittel enthaltendes Gemisch aufzugeben und die Hydrierung bei einem Druck von 5 bis 8 MPa und einer Temperatur von 10 bis 80°C in der ersten Stufe und 100 bis 130°C in der zweiten Stufe durchzuführen. Zwecks Erhalt eines hohen cis-/trans-Isomerenverhältnisses wird die Temperatur der ersten Stufe auf niedrige Werte, also insbesondere 10 bis 40°C eingestellt.

Gemäß einer weiteren Ausführungsform des erfindungsgemäßen Verfahrens unter Verwendung eines oder zweier Rieselbettreaktoren wird für das erste Katalysatorbett ein Ruthenium-Festbettkatalysator, vorzugsweise

ein Ruthenium-Trägerkatalysator mit einem Rutheniumgehalt zwischen 0,5 und 10 Gew.-% und in der zweiten Schicht ein Kobalt-Festbettkatalysator, vorzugsweise Kobalt-Trägerkatalysator mit 10 bis 70 Gew.-% Kobalt, eingesetzt. Die Schichthöhe für die erste und die zweite Schicht wird derart gewählt, daß die anspruchsgemäßen LHSV-Werte für die jeweilige Stufe resultieren. Rutheniumkatalysatoren begünstigen, wie die Anmelderin feststellte, die Bildung von cis-Isophorondiamin, beeinträchtigen aber die Ausbeute. Durch die vorerwähnte Kombination einer kleinen Schicht aus einem Rutheniumkatalysator und einer größeren Schicht aus einem Kobaltkatalysator gelingt es, insbesondere wenn die Temperatur in der ersten Stufe niedrig gehalten wird, Isophorondiamin zu erzeugen, das überwiegend in der cis-Konfiguration vorliegt.

Die besonderen Vorteile des erfindungsgemäßen Verfahrens bestehen darin, daß sich das cis-/trans-Isomerenverhältnis steuern läßt und Isophorondiamin bei den als bevorzugt dargestellten Ausführungsformen gleichzeitig in hoher Ausbeute erhalten wird. Die technischen Maßnahmen zur Steuerung des Isomerenverhältnisses sind einfach und lassen sich in bestehende Vorrichtungen integrieren. Durch die Beschränkung des Verfahrens in zwei Temperaturstufen, ohne ein langwieriges gezieltes Aufheizen, läßt sich Isophorondiamin in hoher Raumzeit-Ausbeute herstellen.

Beispiel

Zwei hintereinander geschaltete Reaktionsrohre, welche mit je einer Heizvorrichtung zur getrennten Einstellung der Temperatur jedes Rohres versehen waren, wurden mit je 100 ml Hydrierkatalysator gefüllt. Die Einsatzlösung, die Isophoronitril und Methanol enthielt und flüssiger Ammoniak wurden unmittelbar vor dem Reaktor gemischt und von oben in den ersten Reaktor gepumpt. Der Druck wurde auf 60 bar geregelt; es wurde kein H_2 -Überschuß verwendet. Das flüssige Reaktionsgemisch wird in einem unter dem zweiten Reaktionsrohr angeordneten Abscheidegefäß aufgefangen.

In der Einsatzlösung waren 30 Gew.-% IPN und 70 Gew.-% Methanol enthalten. Zusätzlich wurden dem Gemisch jeweils 5,4%, bezogen auf Isophoronitril, eines Hochsiedergemischs aus der destillativen Aufarbeitung des Reaktionsgemischs eines vorhergehenden Ansatzes, enthaltend Reste Isophorondiamin und 3,5,5-Trimethyl-6-imino-7-azabicyclo-[3,2,1]-octan (Amidin) als Hauptprodukt, zugesetzt. Davon wurden 130 ml/h und zusätzlich 50 ml/h flüssiger Ammoniak gemischt und in den Reaktor gepumpt. Als Katalysator wurde ein handelsüblicher Kobaltkatalysator (50% Co auf silikatischem Träger) eingesetzt. Die Temperatur des ersten Reaktors wurde zwischen 40 und 140°C variiert. Die Temperatur des zweiten Reaktors betrug konstant 120°C. Die Ergebnisse sind in der Tabelle dargestellt.

T (1. Reaktor) (°C)	Ausbeute (%)	Isomerenverhältnis cis : trans
41	91,9	80 : 20
80	92,8	76 : 24
120	92,3	60 : 40
139	90,3	55 : 45

Patentansprüche

1. Verfahren zur Beeinflussung des cis-/trans-Isomerenverhältnisses von 3-Aminomethyl-3,5,5-trimethylcyclohexylamin (Isophorondiamin; IPDA), bei dessen Herstellung aus 3-Cyano-3,5,5-trimethylcyclohexanon (Isophoronitril; IPN) durch aminierende Hydrierung, wobei Isophoronitril in Gegenwart von Ammoniak und einem Suspensions- oder Festbett-Hydrierkatalysator aus der Reihe der Kobalt-, Nickel und Edelmetallkatalysatoren mit Wasserstoff bei einem Druck von 3 bis 20 MPa und einer Temperatur bis zu 150°C umgesetzt und das erhaltene Reaktionsgemisch destillativ aufgearbeitet wird, dadurch gekennzeichnet, daß man die Hydrierung in einer ersten Stufe bei 10°C bis 90°C und in einer sich daran anschließenden zweiten Stufe bei über 90°C bis 150°C, wobei der Temperaturunterschied zwischen der ersten und zweiten Stufe mindestens 30°C beträgt, durchführt, wobei die Reaktionszeit bei Verwendung eines Suspensionskatalysators 5 bis 30 Minuten in der ersten Stufe und 30 bis 200 Minuten in der zweiten Stufe beträgt und der LHSV-Wert bei Verwendung eines Festbettkatalysators 2 bis $12 h^{-1}$ in der ersten Stufe und 0,3 bis $2 h^{-1}$ in der zweiten Stufe.

2. Verfahren nach Anspruch 1, dadurch gekennzeichnet, daß man die aminierende Hydrierung in Gegenwart eines organischen Lösungsmittels aus der Reihe der C_1 - bis C_4 -Alkohole, cyclischen Ether und Glykolmono- oder Glykoldi-methyl- oder -ethylether, vorzugsweise Methanol, durchführt.

3. Verfahren nach Anspruch 1 oder 2, dadurch gekennzeichnet, daß man in der ersten Stufe bei 20 bis 80°C und in der zweiten Stufe bei 100 bis 140°C hydriert.

4. Verfahren nach einem oder mehreren der Ansprüche 1 bis 3, dadurch gekennzeichnet, daß man die

aminierende Hydrierung unter Verwendung eines oder mehrerer Festbettkatalysatoren unter Rieselbettbedingungen durchführt, wobei in einem ersten Katalysatorbett die Temperatur der ersten Stufe und in einem zweiten Katalysatorbett die Temperatur der zweiten Stufe aufrechterhalten wird.

5. Verfahren nach Anspruch 4, dadurch gekennzeichnet, daß man ein 10 bis 40 Gew.-% Isophoronitril, 10 bis 40 Gew.-% Ammoniak und Methanol als Lösungsmittel enthaltendes Gemisch auf das erste Katalysatorbett gibt und das Reaktionsgemisch nach Durchrieseln durch das in einem einzigen oder in zwei Rieselbettreaktoren angeordnete erste und zweite Katalysatorbett rieseln läßt, wobei bei einem Druck von 5 bis 8 MPa und einer Temperatur von 10 bis 80°C in der ersten Stufe und 100 bis 130°C in der zweiten Stufe hydriert wird.

6. Verfahren nach Anspruch 4 oder 5, dadurch gekennzeichnet, daß man in der ersten Stufe einen Ruthenium enthaltenden Festbettkatalysator und in der zweiten Stufe einen Kobalt enthaltenden Festbettkatalysator verwendet.

15

20

25

30

35

40

45

50

55

60

65

- Leerseite -